

# PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 07-099114  
 (43)Date of publication of application : 11.04.1995

(51)Int.Cl.

H01F 10/14  
 C23C 14/14  
 G11B 5/39  
 H01L 21/203  
 H01L 43/02  
 H01L 43/12

(21)Application number : 05-240978

(71)Applicant : NEC CORP

(22)Date of filing : 28.09.1993

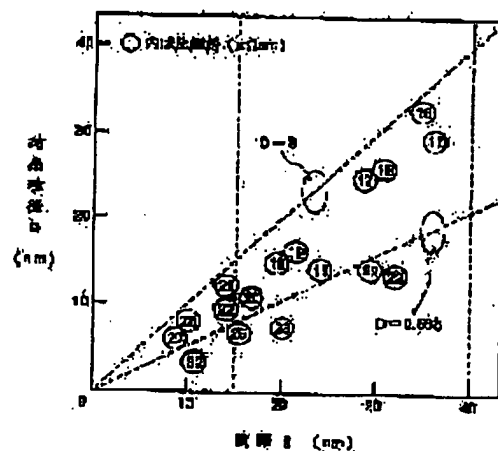
(72)Inventor : ISHIWATA NOBUYUKI

## (54) MAGNETORESISTANCE EFFECT FILM AND ITS MANUFACTURE

### (57)Abstract:

**PURPOSE:** To stabilize the specific resistance of an MR film to a small value by arranging the constitution so that the thickness of a crystal and the diameter of a crystal may have a specified relation.

**CONSTITUTION:** The relation between the crystal grain diameter  $D$  and the thickness  $\delta$  of the magnetoresistance effect film consisting of the polycrystalline aggregate of Ni-Fe or Ni-Fe-Co alloy is made such that  $0.58\delta \leq D \leq \delta$ . At this time,  $\delta$  is as follows:  $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ . And, to form this magnetoresistance effect film, a film is accumulated while accelerating inert gas during the accumulation of a film, thereby giving shock to the surface of the film. The diameter  $D$  of a crystal and the thickness of a film are correlated, and basically,  $D$  increases together with the increase of the film thickness. Moreover, it is difficult to enlarge  $D$  more than the film thickness. From the figure, to obtain a specific resistance of  $20\text{m}\Omega\text{cm}$  or under, these are made such that  $0.58\delta \leq D \leq \delta$  when  $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ . When they fulfill these conditions, the specific resistance becomes  $20\text{m}\Omega\text{cm}$  or under, and usually, the lifetime becomes long, and practical MR structure can be obtained.



## 引用文献 3

(19) 日本国特許庁 (JP)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開平7-99114

(43) 公開日 平成7年(1995)4月11日

(51) Int.Cl. <sup>8</sup>	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
H01F 10/14				
C23C 14/14		D 9271-4K		
G11B 5/39				
H01L 21/203		S 8122-4M		
43/02		Z		

審査請求 有 請求項の数 2 OL (全 7 頁) 最終頁に続く

(21) 出願番号 特願平5-240978

(22) 出願日 平成5年(1993)9月28日

(71) 出願人 000004237

日本電気株式会社

東京都港区芝五丁目7番1号

(72) 発明者 石綿 延行

東京都港区芝五丁目7番1号 日本電気株式会社内

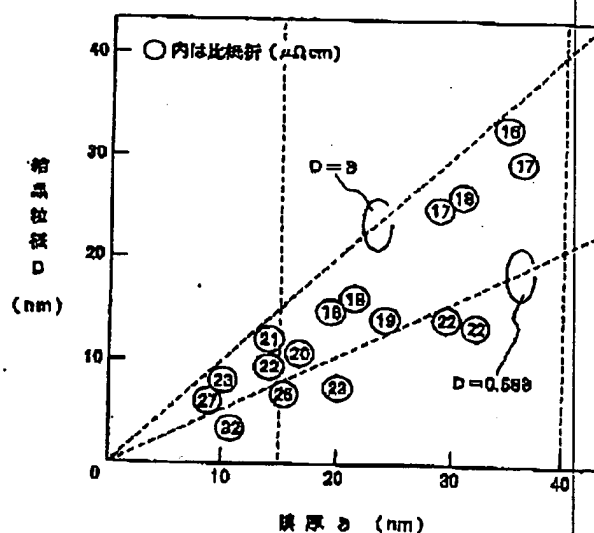
(74) 代理人 弁理士 京本 直樹 (外2名)

(54) 【発明の名称】 磁気抵抗効果薄膜およびその製造方法

(57) 【要約】

【構成】 Ni-FeあるいはNi-Fe-Coの合金の多結晶集合体よりなる磁気抵抗効果薄膜において、膜厚  $15\text{ nm} < \delta < 40\text{ nm}$ 、結晶粒径  $D$  と膜厚  $\delta$  との関係が、 $0.58\delta \leq D \leq \delta$  である磁気抵抗効果薄膜とする。

【効果】 本発明の結果、磁気抵抗効果薄膜の比抵抗を小さくすることが出来る。この磁気抵抗効果薄膜を用いたMRヘッドでは、通電寿命が顕著に長くなる。また、従来のMRヘッドに比べて、磁気抵抗効果膜の比抵抗が小さいことから、素子に流す電流を増すことが可能となり、ヘッドの再生出力を増大させることも可能となる。



(2)

特開平7-99114

【特許請求の範囲】

【請求項1】  $Ni-Fe$ 、あるいは、 $Ni-Fe-C$ の合金の多結晶集合体よりなる磁気抵抗効果薄膜において、膜厚 $\delta$ が $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ であり、かつ、 $\delta$ と結晶粒径 $D$ との関係が、 $0.58\delta \leq D \leq \delta$ であることを特徴とする磁気抵抗効果薄膜。

【請求項2】  $Ni-Fe$ 、あるいは、 $Ni-Fe-C$ の合金の多結晶集合体よりなる磁気抵抗効果薄膜の製造方法において、膜堆積中に不活性ガスを加速し堆積中の膜表面に衝撃を与えながら膜堆積を行うことを特徴とする磁気抵抗効果薄膜の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】本発明は磁気抵抗効果薄膜、および、その製造方法に関する。さらに詳しくは、比抵抗の小さい磁気抵抗効果薄膜、および、その製造方法に関する。

【0002】

【従来の技術】磁気記録機器の小型大容量化に伴って、磁気記録技術の高密度化が急速に進展している。その中にあって磁気抵抗（以下MRと略す）効果を利用した再生ヘッド（MRヘッド）は、大きい再生出力が得られることから、磁気記録の高密度化を推進する主要な技術の一つである。このMRヘッドについては、アイイーイーイー トランザクションズ オン マグネティクス（IEE Trans. Magn.）, MAG-7（1971）150において、アール ピー ハント（R. P. Hunt）により「ア マグネトロジスティブ リードアウト トランスデューサー」（"A Magnetoresistive Readout Transducer"）と題して論じられている。

【0003】ところで、MRヘッドを構成するMR素子は、磁気抵抗効果の大きな $Ni-Fe$ 合金薄膜などのMR薄膜からなり、このMRヘッドの特性はMR薄膜の特性に強く依存している。特に、MR素子の通電寿命はMR薄膜の比抵抗の大きさに関係する。すなわち、比抵抗が大きいとMR素子のジュール熱による発熱量が増大し、素子のエレクトロマイグレーションが起きやすくなり、通電寿命が短くなる。また、発熱量の増大は素子の熱雑音を増大させる。よって、MR薄膜の比抵抗は小さいほどよい。

【0004】そこで、この比抵抗を小さくするために、例えば、特開昭61-151822号公報の発明がなされた。これは、 $10^{-7}$  Torr以下の高真空中で蒸着法により $Ni-Fe$ 薄膜を形成することにより、膜中の残留不純物ガス量を低減させ、比抵抗を小さくするものである。また、通常の真空度（ $2 \times 10^{-6}$  Torr程度）での形成であっても、膜形成後に熱処理を施すことによって、膜中の残留ガス量を低減させることによって、比抵抗を小さくすることができるとしている。ま

た、特開昭60-9183号公報の発明では、スパッタ法により $Ni-Fe$ 薄膜を形成する場合について、母材である $Ni-Fe$ ターゲットの溶融時の真空度を $10^{-5}$  Torr以下とすることによって、比抵抗の小さい薄膜を得ている。これは、ターゲット中に含まれるガス成分が低減したことによって、膜中の不純物濃度が低下したことによる。

【0005】

【発明が解決しようとする課題】従来、MR薄膜の比抵抗を小さくするためには前述したように、蒸着法であっても、スパッタ法であっても、膜中の不純物濃度を低下させる方法が一般的であった。しかしながら、前述の発明を実施しても、実際に形成されるMR薄膜の比抵抗は大幅にばらつき、MRヘッドの特性をばらつかせる原因となっている。

【0006】本発明はこの大幅にばらつくMR薄膜の比抵抗を小さい値に安定化させることを目的としている。

【0007】

【課題を解決するための手段】 $Ni-Fe$ 、あるいは、 $Ni-Fe-C$ の合金の多結晶集合体よりなる磁気抵抗効果薄膜において、結晶粒径 $D$ と膜厚 $\delta$ との関係が、 $0.58\delta \leq D \leq \delta$ であることを特徴とした磁気抵抗効果薄膜とする。このとき $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ とする。そして、この条件を満足する磁気抵抗効果型薄膜を形成する製造方法として、膜堆積中に不活性ガスを加速し堆積中の膜表面に衝撃を与えながら膜堆積を行う、磁気抵抗効果薄膜の製造方法とする。

【0008】

【作用】 $Ni-Fe$ 薄膜の比抵抗は、たとえ膜中の不純物が十分に低くても、形成される膜の結晶性に依存して大きく変化する。図1および図2に、それぞれ、結晶性の良好な $Ni-Fe$ 薄膜と結晶性の良好でない $Ni-Fe$ 薄膜のX線回折パターンを示す。膜厚は図1と図2ともに、10、15、20、30nmである。図1および図2の膜を結晶粒の大きさについて比較した場合、結晶粒の小さい図2の膜の比抵抗は、結晶粒の大きい図1の膜の比抵抗に比べて大きい。これは、結晶粒が小さいことによって、結晶粒界が多く存在し、電子が結晶粒界で頻繁に散乱されるためである。よって、結晶粒径の小さい図2の $Ni-Fe$ 薄膜を用いたMRヘッドはエレクトロマイグレーションを起こしやすく、通電寿命が短い。それに対して、結晶粒径の大きい図1の $Ni-Fe$ 薄膜を用いたMRヘッドはエレクトロマイグレーションを起こしにくく、通電寿命が長い。

【0009】図3は、 $Ni-Fe$ 薄膜を $10\mu\text{m}$ の幅にパターン化し、 $250^\circ\text{C}$ の加速環境中で $0.5 \times 10^7 \text{ A/cm}^2$ の電流を流したときの、通電寿命と $Ni-Fe$ 膜の比抵抗の関係を示す。膜の比抵抗の増大とともに通電寿命は短くなる。比抵抗が $200\Omega\text{cm}$ 以下のときに、1000時間を越える実用的な寿命が得られる。よ

3

って、Ni-Fe膜の比抵抗としては $20\mu\Omega\text{cm}$ であることが望ましい。

【0010】この比抵抗を得るためには、膜厚と結晶粒径とからの規定が必要である。すなわち、膜厚が $15\text{nm}$ 以下となると、膜表面での電子散乱の影響が顕著となり比抵抗が増大する。一方、膜厚が $40\text{nm}$ 以上となると、比抵抗は低下するが、この膜厚のNi-Fe膜を用いたMRヘッドは分解能が低下し不都合となる。よって、膜厚 $\delta$ は $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ となる。

【0011】結晶粒径 $D$ と膜厚とは相関があり、図4に示すように、基本的には膜厚の増大とともに $D$ は増大する。また、膜厚以上に $D$ を大きくすることは実際上困難である。図4から、 $20\mu\Omega\text{cm}$ 以下の比抵抗を得るためには、 $15\text{nm} < \delta < 40\text{nm}$ において、 $0.58\delta \leq D \leq \delta$ とする。この条件を満たすときに、比抵抗は $20\mu\Omega\text{cm}$ 以下となり、通電寿命は長くなり実用的なMR薄膜が得られる。

【0012】これはNi-Fe薄膜に限らず、Ni-Fe-C薄膜においても同様である。

【0013】

【実施例】次に本発明の実施例について説明する。

（実施例1）ガラス基板上に下地膜として、膜厚 $20\text{nm}$ のTa薄膜を形成し、真空を破らずにNi-Fe膜を形成した。膜形成にはマグネトロンスパッタ法を用いて、圧力 $3\text{mTorr}$ のアルゴンプラズマによりターゲットをスパッタした。Ni-Fe膜はNi<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>合金ターゲットを用い、膜厚 $10$ 、 $15$ 、 $20$ 、および $30\text{nm}$ の4種類作成した。

【0014】図1にこのときのX線回折パターンを示す。

【0015】膜厚が $10\text{nm}$ と薄くても、面心立方格子の $(111)$ 面からの回折が顕著に現れ、結晶性が良好なことが伺える。これはNi-Fe膜がTa膜上にエピタキシャル的に成長したことによると考えられる。

（比較例1）実施例1と同様に、ただし、Ta薄膜を設けず、ガラス基板上に直接Ni-Fe膜を形成した。ガラス基板表面はアモルファス構造である。この時のNi-Fe膜のX線回折パターンを図2に示す。図1に対して、ノイズ成分の大きい回折パターンとなっており、面心立方格子の $(111)$ 面からの回折強度も小さい。Ni-Fe膜の結晶性があまり良くないことが伺える。

【0016】図5に図1および図2から求められる結晶粒径 $(D)$ と膜厚 $(\delta)$ との関係を示す。 $D$ は $\delta$ と正の相関にある。表面がアモルファス構造のガラス基板上に直接形成されたNi-Fe膜の $D$ は $\delta$ に対して、 $D < 0.58\delta$ である。それに対して、Ta膜上に形成されたNi-Fe膜の $D$ は $\delta$ に対して、 $D \geq 0.58\delta$ と大きい。図6にTa膜上に形成されたNi-Fe膜の比抵抗 $(\rho)$ と、ガラス基板上に形成されたNi-Fe膜の $\rho$ の膜厚依存性を示す。Ta膜上に形成された膜の比抵抗は、ガラス基板上に形成された膜のそれに比べて小

(3)

特開平7-99114

4

い。これは、図5に示したように、Ta膜上に形成されたNi-Fe膜の結晶粒径が、ガラス基板上に形成された膜のそれよりも大きいことによると考えられる。

【0017】図7に抵抗変化率 $(\Delta\rho/\rho)$ の膜厚依存性を示す。Ta膜上に形成されたNi-Fe膜の $\Delta\rho/\rho$ は、ガラス基板上の膜のそれよりも大きい。これは、Ta膜上に形成されたNi-Fe膜の比抵抗が、ガラス基板上に形成された膜のそれよりも小さいためである。

（実施例2）イオンビームスパッタ装置を用いて、Ni<sub>80</sub>Fe<sub>20</sub>合金ターゲットをArイオンビームスパッタし、ガラス基板上にNi-Fe膜を形成した。このとき、膜堆積中の基板表面を加速電圧 $200\text{V}$ 、電流密度 $0.01\text{mA}/\text{cm}^2$ のArイオンビームでアシストした。Ar圧力は $0.3\text{Torr}$ 、Ni-Fe膜厚は $10$ 、 $15$ 、 $20$ 、および $30\text{nm}$ とした。

（比較例2）実施例2と同様に、ただし、膜堆積中のArイオンビームでのアシストは行わずにNi-Fe膜を形成した。

【0018】図9にNi-Fe膜の膜厚 $\delta$ に対する結晶粒径 $D$ を示す。 $D$ は $\delta$ と正の相関にある。イオンアシストをせずに堆積させたNi-Fe膜の $D$ は $\delta$ に対して、 $D < 0.58\delta$ である。それに対して、イオンアシストしたときのNi-Fe膜の $D$ は $\delta$ に対して、 $D \geq 0.58\delta$ と大きくなった。図10にイオンアシストの有無でのNi-Fe膜の比抵抗 $(\rho)$ の膜厚依存性を示す。イオンアシストしたNi-Fe膜の比抵抗は、イオンアシストしない膜のそれに比べて小さい。これは、図9に示したように、イオンアシストしたNi-Fe膜の結晶粒径が、イオンアシストしない膜のそれよりも大きいことによる。

（実施例3）ガラス基板上に下地膜として、膜厚 $20\text{nm}$ のTa薄膜を形成し、真空を破らずにNi-Fe-C膜を形成した。膜形成にはマグネトロンスパッタ法を用いて、圧力 $3\text{mTorr}$ のArプラズマによりターゲットをスパッタした。Ni-Fe-C膜はNi<sub>80</sub>Fe<sub>10</sub>C<sub>10</sub>合金ターゲットを用い、膜厚 $10$ 、 $15$ 、 $20$ および $30\text{nm}$ の4種類作成した。

【0019】X線回折の結果、Ta下地膜を設けたNi-Fe-C膜はTa膜上にエピタキシャル的に成長し、面心立方格子 $(111)$ 面が膜面に平行に配向した結晶性の良好な膜となった。このとき、膜厚が $30\text{nm}$ において $20\mu\Omega\text{cm}$ 以下の小さい比抵抗が得られた。このとき $D$ は、 $24\text{nm}$ であった。

（比較例3）実施例3と同様に、ただし、Ta薄膜を設けず、ガラス基板上に直接Ni-Fe-C膜を形成した。ガラス基板上に直接形成されたNi-Fe-C膜は、面心立方格子の $(111)$ 面からの回折強度が小さく、結晶性があまり良くない膜となった。ガラス基板上に形成した、膜厚 $30\text{nm}$ のNi-Fe-C膜の $D$ は、 $11\text{nm}$ であった。

(4)

特開平7-99114

5  
【0020】実施例1～3および比較例1～3の磁気抵抗効果薄膜を用いて、図8に示すMRヘッドを作製し、通電寿命の評価を行った。図8において、81は磁気抵抗効果薄膜、82はAu電極、83は基板である。Au電極82の膜厚は200nm、電極間隔は5μm、磁気\*

6  
\*抵抗効果薄膜81の幅は3μmとした。評価時の電極密度は $1 \times 10^7 \text{ A/cm}^2$ である。評価結果を表1に示す。

【0021】

【表1】

	膜厚 (nm)	結晶粒径 (nm)	寿命
実施例1	30	25	1000時間以上
実施例2	30	27	1000時間以上
実施例3	30	24	1000時間以上
比較例1	30	13	50時間
比較例2	30	12	30時間
比較例3	30	11	30時間

【0022】この評価結果から、比較例の磁気抵抗効果薄膜では、結晶粒界が多く存在し比抵抗が高いことから、粒界での断線が発生しやすいのに対して、実施例の磁気抵抗効果薄膜では、結晶粒界が減少した比抵抗が低下したことから、粒界での断線が発生しにくくなったと考えられる。

【0023】

【発明の効果】本発明によると、磁気抵抗効果膜の比抵抗を小さくすることができる。その結果、本発明の磁気抵抗効果膜を用いたMRヘッドでは、通電寿命が顕著に長くなる。また、従来のMRヘッドに比べて、磁気抵抗効果膜の比抵抗が小さいことから、素子に流す電流を増すことが可能となり、ヘッドの再生出力を増大させることも可能となる。

【0024】また、本発明の製造方法により、非晶質基板上に直接磁気抵抗効果薄膜を設けても、結晶粒径の大きな膜を得ることができる。

【図面の簡単な説明】

【図1】本発明実施例1のNi-Fe膜のX線回折パターンを示す図。

【図2】比較例のNi-Fe膜のX線回折パターンを示す図

【図3】本発明の作用を説明するための図。

【図4】本発明の作用を説明するための図。

【図5】本発明の作用を説明するための図。

【図6】本発明の作用を説明するための図。

【図7】本発明の作用を説明するための図。

【図8】本発明実施例のMRヘッドの構成図。

【図9】本発明の作用を説明するための図。

【図10】本発明の作用を説明するための図。

【符号の説明】

81 磁気抵抗効果膜

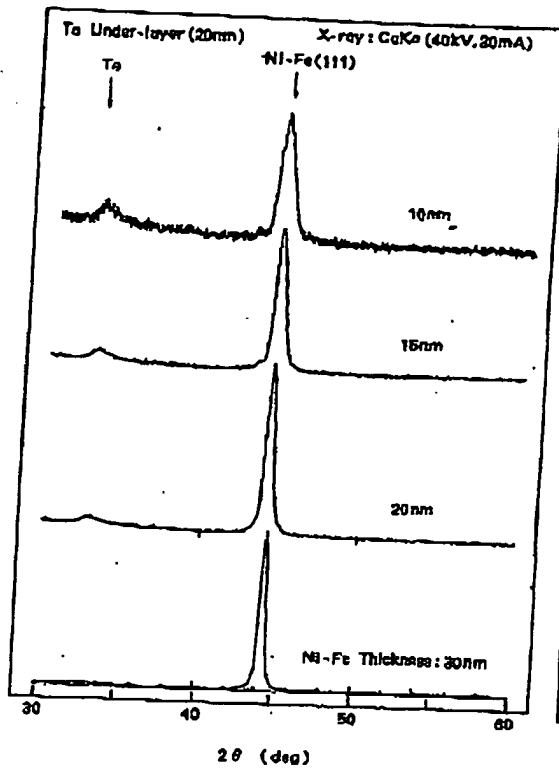
82 Au電極

83 基板

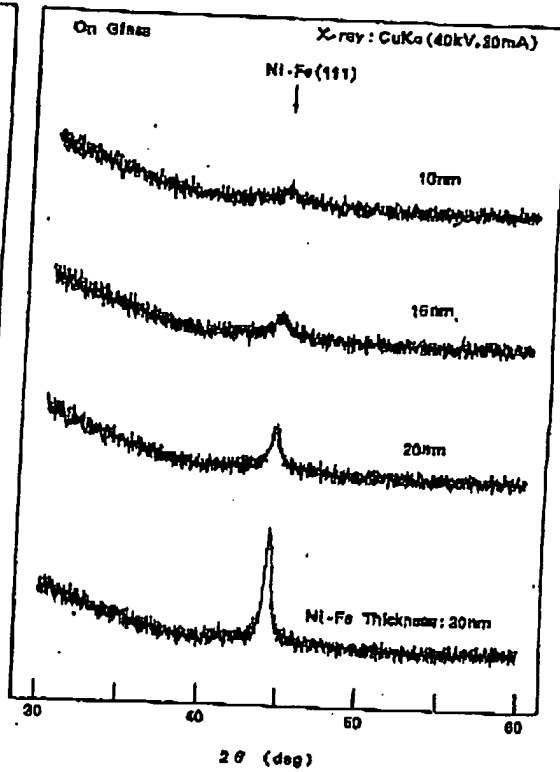
(5)

特開平7-99114

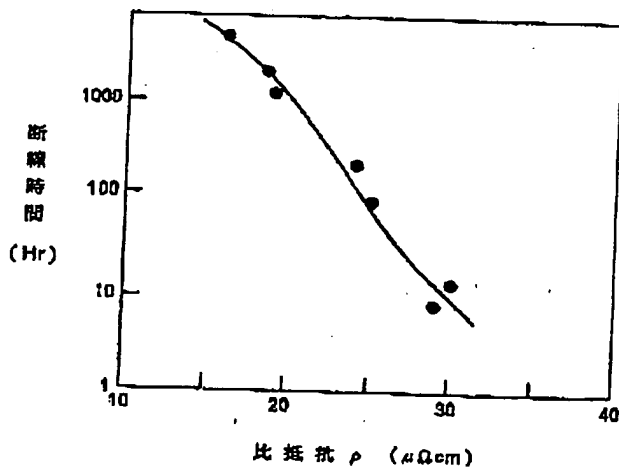
【図1】



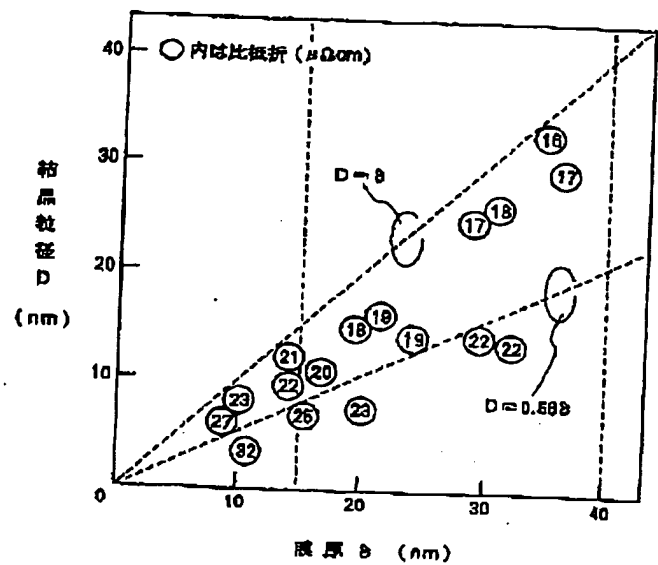
【図2】



【図3】



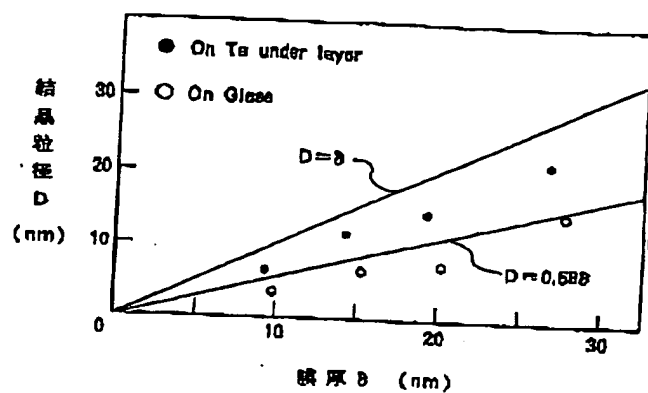
【図4】



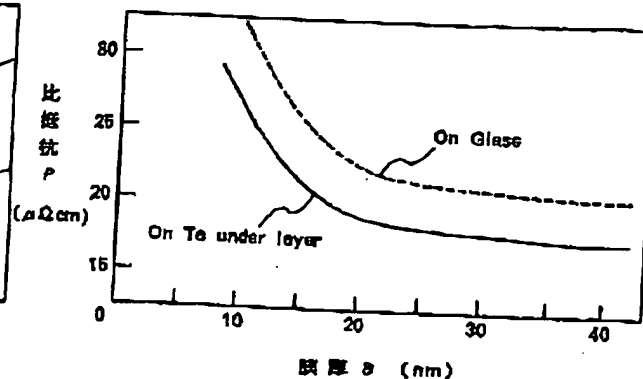
(6)

特開平7-99114

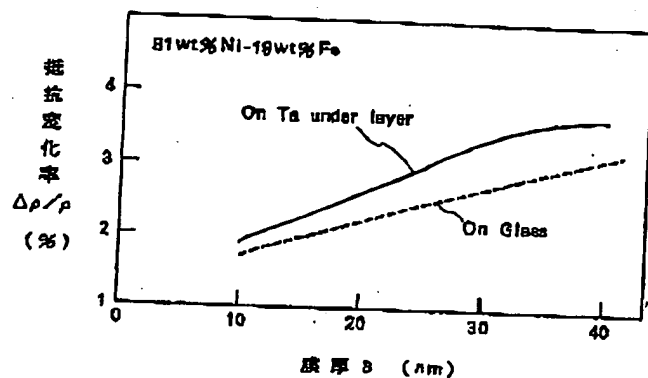
【図5】



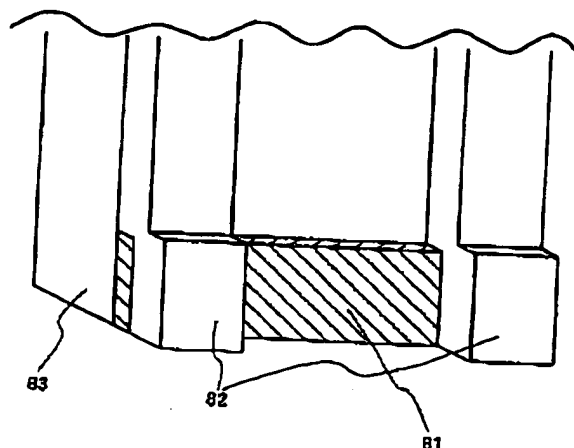
【図6】



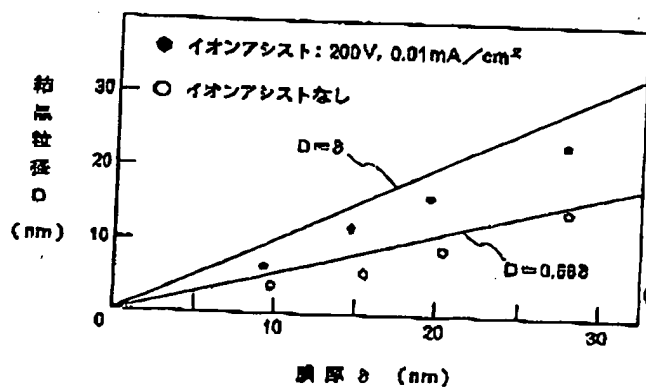
【図7】



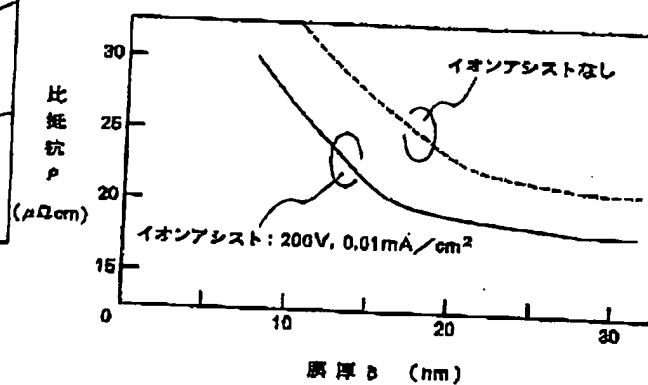
【図8】



【図9】



【図10】



(7)

特開平7-99114

フロントページの続き

(51) Int. Cl.<sup>6</sup>

H01L 43/12

識別記号

庁内整理番号

F I

技術表示箇所